

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-169773

(P2000-169773A)

(43) 公開日 平成12年6月20日 (2000.6.20)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	マークシート (参考)
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00	2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y 4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-306047

(22) 出願日 平成10年10月27日 (1998.10.27)

(31) 優先権主張番号 特願平10-278132

(32) 優先日 平成10年9月30日 (1998.9.30)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 宮 林 利 行

長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100064285

弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

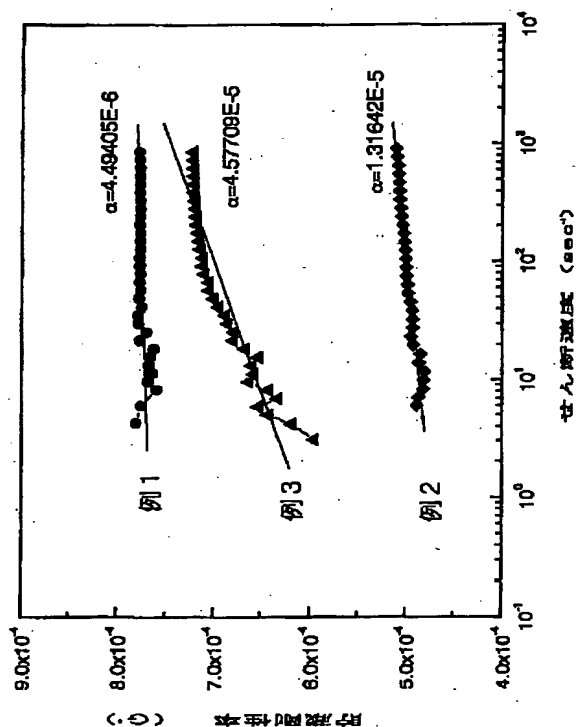
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク組成物の評価方法および製造方法

(57) 【要約】

【課題】 良好な性能を有するインクジェット記録用インク組成物を製造するための普遍的な基準の確立。

【解決手段】 水溶性色材、水溶性有機溶剤、および水を少なくとも含んでなるインク組成物の動的粘弾性を測定し、該インク組成物のせん断速度 ($\dot{\gamma}$) の対数値と貯蔵剛性率 (G') とを算出し、それぞれの値を二軸にとって傾き (α) を求めて、そして求めた傾き (α) の絶対値がほぼ0近傍を示すように調製するインクジェット記録用インク組成物の製造。



(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】インクジェット記録用インク組成物の評価方法であって、

色材、水溶性有機溶剤、および水を少なくとも含んでなるインクジェット記録用インク組成物を調製し、該インク組成物の動的粘弾性を測定し、インク組成物のせん断速度 ($\dot{\gamma}$) の対数値と貯蔵剛性率 (G') とを算出して、それぞれの値を二軸にとって求めた傾き (α) の絶対値がほぼ0近傍となるか否かを判定することを含んでなる評価方法。

【請求項2】傾き (α) の絶対値が 1×10^{-5} 未満であるか否かを判定する、請求項1に記載の評価方法。

【請求項3】色材が水に分散可能な顔料および/または水に分散可能な染料とからなるものである、請求項1または2に記載の評価方法。

【請求項4】ポリマー微粒子をさらに含んでなる、請求項1～3のいずれか一項に記載の評価方法。

【請求項5】ポリマー微粒子が水を連続相とするポリマーエマルジョンの形態でインク組成物に添加されるものである、請求項4に記載の評価方法。

【請求項6】インク組成物の液滴を吐出し、該液滴を記録媒体に付着させて印字を行うインクジェット記録方法であって、インク組成物として請求項1～5のいずれか一項に記載の評価法において前記傾き (α) の絶対値がほぼ0近傍になると判定したインク組成物を用いる、インクジェット記録方法。

【請求項7】請求項6に記載のインクジェット記録方法によって記録が行われた、記録物。

【請求項8】インクジェット記録用インク組成物の製造方法であって、

色材、水溶性有機溶剤、および水を少なくとも含んでなるインクジェット記録用インク組成物を調製に際して、該インク組成物の動的粘弾性を測定し、インク組成物のせん断速度 ($\dot{\gamma}$) の対数値と貯蔵剛性率 (G') とを算出して、それぞれの値を二軸にとって求めた傾き (α) の絶対値がほぼ0近傍を示すように調製することを含んでなる製造方法。

【請求項9】傾き (α) の絶対値が 1×10^{-5} 未満である、請求項8に記載の製造方法。

【請求項10】色材が水に分散可能な顔料および/または水に分散可能な染料である、請求項8または9に記載の製造方法。

【請求項11】ポリマー微粒子をさらに含んでなる、請求項8～10のいずれか一項に記載の製造方法。

【請求項12】ポリマー微粒子が水を連続相とするポリマーエマルジョンの形態でインク組成物に添加されるものである、請求項11に記載の製造方法。

【請求項13】インク組成物の液滴を吐出し、該液滴を記録媒体に付着させて印字を行うインクジェット記録方法であって、インク組成物として請求項8～12のい

2

れか一項に記載の製造法により製造されたインク組成物を用いる、インクジェット記録方法。

【請求項14】請求項13に記載のインクジェット記録方法によって記録が行われた、記録物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の概要】 発明の分野

本発明は、良好な性能を有するインクジェット記録用インク組成物の製造方法、およびインク組成物の評価方法に関するものである。

【0002】 背景技術

インクジェット記録は、微細なノズルからインク組成物を小滴として吐出して、文字や図形を記録媒体表面に記録する方法である。インクジェット記録方式としては電歪素子を用いて電気信号を機械信号に変換して、ノズルヘッド部分に貯えたインク組成物を断続的に吐出して記録媒体表面に文字や記号を記録する方法や、ノズルヘッド部分に貯えたインク組成物を吐出部分に極めて近い箇所急速に加熱し泡を発生させ、その泡による体積膨張で断続的に吐出することで記録媒体表面に文字や記号を記録する方法などが開発、実用化されている。

【0003】このようなインクジェット記録に用いられるインク組成物には、良好な吐出性、サテライトによる印字の乱れがないこと、種々の記録媒体に良好な印字が行えること、多色印字の場合に色が混じり合わないこと、などの印字特性が要求される。

【0004】従来、製造されたインクジェット記録用インク組成物が上記印字特性を有しているか否かの評価は、製造されたインク組成物をインクジェット記録装置に充填した後、記録媒体に印字することによって行われていた。そして、インク組成物の性能の良否は、製造した後記録媒体に印字されて初めて把握される。つまり、インク組成物の製造は経験的に行われていたのが実状である。ここで、経験則によらず、普遍的な評価基準に基づいてインク組成物の製造ができれば、良好な性能を有するインク組成物の効率のよい製造が可能となる。

【0005】一方、機械的力に対する物質の変形と流動を扱う科学としてレオロジーがある。物質は一般に弾性と粘性の両方を兼ね備えた粘弾性的な性質を有し、物質の弾性的な挙動および粘性的な挙動と、時間との関係を「動的粘弾性」として把握する。さらに、動的粘弾性を考える際、理想弾性を示すバネと純粘性を示すダッシュポットとを直列に結合した粘弾性液体の力学モデルであるマックスウェル模型を利用することがある。このモデルに振動的な力 $\sigma^* = \sigma_0 \exp(i\omega t)$ を作用させると、それに対する歪みも同一振動数を有し δ だけ位相が遅れた複素量 $\gamma^* = \gamma_0 \exp[i(\omega t - \delta)]$ として表すことができる。 σ^* と γ^* の相互関係はマックスウェルの粘弾性方程式を考慮すると下記数式(1)のように表すことができる。

(3)

【0006】

【数1】

$$\sigma^* = \frac{G(\omega^2 \tau^2 + i\omega\tau) \gamma^*}{(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (I)$$

(但し、 τ は η/G で与えられる緩和時間である)

$$G^* = \frac{\sigma_0 \exp(i\delta)}{\gamma_0} = \frac{\sigma_0 (\cos \delta + i \sin \delta)}{\gamma_0}$$

$$G' = \frac{\sigma_0 \cos \delta}{\gamma_0} = \frac{G \omega^2 \tau^2}{(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (II)$$

$$G'' = \frac{\sigma_0 \sin \delta}{\gamma_0} = \frac{G \omega \tau}{(1 + \omega^2 \tau^2)}$$

ここで、 G^* の実数部 G' を貯蔵剛性率、虚数部 G'' を損失剛性率といい、 G'' を ω で割ったものを動的粘性率 η' という。これらはすべて ω の関数である。

【0008】本発明者らの知る限りでは、インク組成物の動的粘弾性とインク組成物の性能とを関連づけ、良好なインク組成物が得られる明確かつ普遍的な評価基準を確立したとする報告はない。

【0009】

【発明の概要】本発明者は、今般、インク組成物の動的粘弾性に着目し、インク組成物の性能がインク組成物の貯蔵弾性率およびせん断速度と関連し、これらを指標とすることで良好なインク組成物が得られるとの知見を得た。

【0010】従って、本発明は、インク組成物の性能を、実際の印字試験を行うことなく評価することができるインク組成物の評価方法の提供をその目的としている。

【0011】さらに本発明は、良好な性能を有するインク組成物が得ることができるインクジェット記録用インク組成物の製造法の提供を目的としている。

【0012】そして、本発明によるインクジェット記録用インク組成物の評価方法は、色材、水溶性有機溶剤、および水を少なくとも含んでなるインク組成物を調製し、インク組成物の動的粘弾性を測定し、インク組成物のせん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と貯蔵剛性率(G')とを算出して、それぞれの値を二軸にとって求めた傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍となるか否かを判定することを含んでなるものである。

【0013】また、本発明によるインクジェット記録用インク組成物の製造法は、色材、水溶性有機溶剤、および水を少なくとも含んでなるインクジェット記録用インク組成物を調製する際に、インク組成物の動的粘弾性を測定し、インク組成物のせん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と

ここで σ^ と γ^* の比を複素剛性率 $G^* = (G' + i G'')$ と定義すると下記数式(II)のように表すことができる。

【0007】

【数2】

貯蔵剛性率(G')とを算出して、それぞれの値を二軸にとって求めた傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍を示すように調製することを含んでなるものである。

【0014】

【発明の具体的説明】インク組成物の動的粘弾性測定

本発明によるインクジェット記録用インク組成物の評価法および製造法にあつては、インク組成物の動的粘弾性を測定する。この測定原理を粘弾性測定装置の概略を示した図1を用いて説明する。測定装置1は、被験液体2を収納し、かつ被験液体溜3に連通し、恒温装置4に囲まれた、半径 a および長さ L の精密測定管5を備えてなり、管5中の被験液体2には、薄膜6を介して図示しない振動装置により周波数 f の振動が与えられる。この振動により振動流動する被験液体2に印可される圧力 P および体積流量 U は、センサ手段7により測定される。精密測定管壁でのせん断応力 τ は圧力 P に正比例し、またせん断歪み γ 並びにせん断速度 $\dot{\gamma}$ は体積流量 U に正比例する。従って、圧力数 P と体積流量 U から試料液体のせん断応力 τ 、せん断歪み γ 、せん断速度 $\dot{\gamma}$ を計算することができる。

【0015】せん断応力： $\tau \sim P(a/2L)$ せん断速度： $\dot{\gamma} \sim U(4\pi a^3)$ せん断歪み： $\gamma = \dot{\gamma} / 2\pi f$

(式中、 a は測定管の半径、 L は測定管の高さ、 f は周波数を示す)

これらの計算値から、インク組成物の粘性および弾性(または貯蔵および損失係数)が得られる。

【0016】本発明によるインク組成物の評価法および製造法においては、インク組成物の動的粘弾性を測定する際、振動数は測定開始時から測定終了時まで同一であつて変動させないことが好ましい。

【0017】本発明においてインク組成物の動的粘弾性の測定装置は上記基本原理に立つ限り特に限定されない

(4)

5

が、動的粘弾性の測定のための装置は市販されており、これら市販の装置を利用することも可能である。例えば、キャピラリー型粘弾性測定装置として、VILASTIC SCIENTIFIC社のVILASTIC V-E SYSTEM、およびPaar Physica社のDCRを利用することが可能である。

【0018】インク組成物の評価方法

本発明によるインク組成物の評価方法は、上記のようにインク組成物の動的粘弾性を測定し、その結果より、せん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と貯蔵剛性率(G')とを二軸にとって求めた傾き(α)の絶対値を求める。そして、求めた傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍となるか否か、好ましくは 1×10^{-5} 未満の範囲となるか否かを判定する。この傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍となるインク組成物は、その性能に優れ、特にインクジェット記録方法において印字安定性に優れる。すなわち、ノズルを目詰まりさせず、かつインク滴が飛行曲がりを起こすことなく、所定方向に吐出される。従来は、このようなインク組成物の性能は、インク組成物を調製後、インク組成物を実際にインクジェット記録方法によって印字して評価していた。しかし、本発明によれば、実際に印字することなくインク組成物の性能を評価することができる。従って、本発明によれば、性能に優れたインクジェット記録用インク組成物の効率の良い製造を極めてよく得ることができる。

【0019】本発明において評価の対象となるインク組成物は、基本的に色材および/または他のインク組成物成分が水に不溶である、すなわちインク組成物を構成する成分の一部が水に溶解せずに分散しているインク組成物である。本発明の好ましい態様によれば、水に不要な成分は色材であることが一般的であり、またこのような水に不要な色材成分を含むインク組成物の性能評価に本発明による方法は好ましく用いられる。従って、本発明による評価方法が適用されるインク組成物としては、顔料を色材として含むインク組成物、さらには色材が染料であって、この染料が水に実質的に溶解性を示さず、分散させてインク組成物とされたインク組成物が挙げられる。

【0020】(a) 色材

本発明の好ましい態様によれば、本発明におけるインク組成物に含まれる色材は、水に分散可能な顔料および/または水に分散可能な染料である。

【0021】顔料としては、無機顔料、有機顔料を使用することができる。無機顔料としては、酸化チタンおよび酸化鉄に加え、コンタクト法、ファーンズ法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを使用することができる。

【0022】また、有機顔料としては、アゾ顔料(アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などを含む)、多環式顔料(例えば、フタロシアニ

6

ン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料など)、染料キレート(例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレートなど)、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどを使用できる。

【0023】染料としては、油溶性染料、直接染料、酸性染料、食用染料、塩基性染料、反応性染料、分散染料、建染染料、可溶性建染染料、反応分散染料、などが挙げられる。

【0024】本発明において色材は、分散剤で水溶媒体中に分散させたものである。分散剤としては一般に顔料を分散するのに用いられる分散剤、例えば高分子分散剤、界面活性剤を使用することができる。なお、この顔料を分散するのに用いられる界面活性剤は、後記するインク組成物の界面活性剤としても機能するであろうことは当業者に明らかであろう。

【0025】高分子分散剤としては天然高分子、合成高分子のいずれであってもよい。天然高分子の具体例としては、ゼラチン、ガゼイン、アルブミンなどのタンパク質、アラビアゴム、トラガントゴムなどの天然ゴム類、サポニンなどのグルコシド類、アルギン酸およびアルギン酸プロピレングリコールエステル、アルギン酸トリエタノールアミン、アルギン酸アンモニウムなどのアルギン酸誘導体、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、エチルヒドロキシセルロースなどのセルロース誘導体などがあげられる。

【0026】さらに高分子分散剤の具体例としては、ポリビニルアルコール類、ポリビニルピロリドン類、ポリアクリル酸、アクリル酸-アクリルニトリル共重合体、アクリル酸カリウム-アクリルニトリル共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体、アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのアクリル系樹脂、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸-アクリル酸エステル共重合体、スチレン- α -メチルスチレン-アクリル酸共重合体、スチレン- α -メチルスチレン-アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのスチレン-アクリル樹脂、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、および酢酸ビニル-エチレン共重合体、酢酸ビニル-脂肪酸ビニルエチレン共重合体、酢酸ビニル-マレイン酸エステル共重合体、酢酸ビニル-クロトン酸共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸共重合体などの酢酸ビニル系共重合体およびそれらの塩があげられる。これらの中で特に疎水性基をもつモノマーと親水性基を持つモノマーとの共重合体、および疎水性基と親水性基を分子構造中に併せもったモノマーからなる重合体が好ましい。

(5)

7

【0027】また、顔料には、その表面に、カルボキシ基、カルボキシ基、ヒドロキシ基、またはスルホン基の少なくとも一種の官能基またはその塩が結合するような表面処理により、分散剤なしに水に分散させたものも含まれる。

【0028】具体的には、真空プラズマなどの物理的処理や酸化剤等による化学的処理により、官能基または官能基を含んだ分子をカーボンブラックに表面にグラフトさせることによって得ることができる。本発明において、一つのカーボンブラック粒子にグラフトされる官能基は単一でも複数種であってもよい。

【0029】グラフトされる官能基の種類およびその程度は、インク組成物中の分散安定性、色濃度、およびインクジェットヘッド前面での乾燥性等を考慮しながら適宜決定されてよい。

【0030】本発明の好ましい態様によれば、平均粒径50~200nmの顔料を上記のいずれかの方法で分散された顔料分散液として用いるのが好ましい。

【0031】インク組成物への色材の添加量は、0.5~25重量%が好ましく、より好ましくは2~15重量%程度である。

【0032】なお、本発明においてインクジェット記録用インク組成物とは、モノクロ印字を行う場合にはブラックインクを意味し、さらにカラー印字を行う場合にはカラーインク、具体的にはイエローインク、マゼンタインク、およびシアンインク、更に場合によってブラックインクを意味するものとする。

【0033】(b) 水、水溶性有機溶媒、および他の成分

本発明によるインク組成物の溶媒は水および水溶液有機溶媒である。本発明によるインク組成物に含まれる水溶性有機溶媒の例としては、エタノール、メタノール、ブタノール、プロパノール、イソプロパノールなどの炭素数1から4のアルキルアルコール類、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-i
s
o-プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ-i
s
o-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、トリエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、エチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、1-メチル-1-メトキシブタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-プロ

8

ピルエーテル、プロピレングリコールモノ-i
s
o-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-i
s
o-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテルなどのグリコールエーテル類、ホルムアミド、アセトアミド、ジメチルスルホキシド、ソルビット、ソルビタン、アセチン、ジアセチン、トリアセチン、スルホランなどが挙げられる。

【0034】インク組成物への水性有機溶剤の添加量は、10~40重量%が好ましく、より好ましくは10~20重量%程度である。

【0035】本発明における好ましい態様によれば、インク組成物には水溶性のグリコール類を添加することが好ましい。水溶性のグリコール類の好ましい例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、分子量2000以下のポリエチレングリコール、1、3-プロピレングリコール、イソプロピレングリコール、イソブチレングリコール、1、4-ブタンジオール、1、3-ブタンジオール、1、5-ペンタンジオール、1、6-ヘキサジオール、グリセリン、メソエリスリトール、ペンタエリスリトールなどがある。水溶性のグリコール類は、インク組成物のノズル前面での乾燥を抑える効果がある。

【0036】インク組成物へのグリコール類の添加量は、1~30重量%が好ましく、より好ましくは5~20重量%程度である。

【0037】本発明における好ましい態様によれば、インク組成物には多くの種類の糖類を用いることもできる。用いる糖類の好ましい例は、単糖類および多糖類があり、より具体的にはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ラクトース、ガラクトース、アルドン酸、グルシトース、マルトース、セロビオース、スクロース、トレハロース、マルトトリオース等の他にアルギン酸およびその塩、シクロデキストリン類、セルロース類などがある。この糖類のインク組成物への添加量は0.1%~30%程度が好ましい。

【0038】また、本発明における好ましい態様によれば、インク組成物は界面活性剤を含んでなることができる。界面活性剤はインク組成物の他の成分との相溶性のよいものが好ましく、界面活性剤のなかでも浸透性が高く安定なものがよい。

【0039】界面活性剤の例としては、アニオン性界面活性剤(例えばドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキ

(6)

9

ルエーテルサルフェートのアンモニウム塩など)、非イオン性界面活性剤(例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレンアルキルアミドなど)およびアセチレングリコール等があげられる。

【0040】これらは単独使用または2種以上を併用することができる。また、アセチレングリコール系の界面活性剤は、例えばサーフィノール465、TG、104

(エアプロダクツ社)およびそれらの変生物をあげることができる。

【0041】本発明の好ましい態様によれば、本発明による色材が顔料の場合、さらにインク組成物にポリマー微粒子を含んでなるものが好ましい。このポリマー微粒子添加によって印字の定着性および耐擦性を改善することが出来る。このポリマー微粒子は、連続相が水であり、分散相が熱可塑性ポリマーからなるポリマーエマルジョンの形態で用いることが好ましい。

【0042】熱可塑性ポリマーは、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸エステル共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリ(メタ)アクリル酸エステル、(メタ)アクリル酸-スチレン共重合体、(メタ)アクリル酸エステル-(メタ)アクリル酸共重合体、(メタ)アクリル酸エステル-(メタ)アクリル酸-スチレン共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-イタコン酸エステル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリエステル、ポリウレタン、ポリアミド、アクリル系樹脂、メタクリル系樹脂、スチレン系樹脂、(メタ)アクリル酸エステル-スチレン系樹脂等が挙げられる。

【0043】さらに本発明によるインク組成物に用いられるポリマーエマルジョンは、膜形成能を有し、好ましくは30℃以下の最低造膜温度を有するものである。

【0044】インク組成物へのポリマー微粒子の添加量*

例1

糖
グリセリン
2-ピロリドン
トリエタノールアミン
KOH
顔料(カーボンブラック
MA7三菱化学(株)製)
分散剤 ソルスパース27000
(ゼネカ(株)製)
ポリマーエマルジョン
ジョンクリル390
(ジョンソンポリマー製)

【0048】調製したインク組成物の動的粘弾性を測定して、せん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と貯蔵剛性率

10

*は、適宜決定されてよい。例えば1~10重量%程度が好ましく、より好ましくは1~5重量%程度である。本発明によるインク組成物は、上記以外の成分として、防腐剤、pH調整剤、防かび剤等をさらに含んでなることができる。

【0045】インク組成物の製造法

上記のように本発明によるインク組成物の評価法によれば、性能に優れたインク組成物であるか否かを判定することができる。この評価方法を別の観点から見れば、性能に優れたインク組成物の製造法が提供される。従って、本発明の第二の態様として、その性能に優れた、とりわけ印字特性に優れたインクジェット記録用インク組成物の製造法が提供される。本発明の第二の態様であるインクジェット記録用インク組成物の製造法は、インク組成物を調製するに際して、せん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と貯蔵剛性率(G')とを二軸にとって求めた傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍を示すように、好ましくは、 1×10^{-5} 未満であるように調製する。本発明において「調製する」とは、インク組成物を構成する成分の選択、選択した成分の量、成分の混合条件など、インクジェット記録用インク組成物を製造するあらゆる行為を意味するものとする。

【0046】本発明によるインク組成物の製造法によって得られるインク組成物の成分およびその量は、せん断速度($\dot{\gamma}$)の対数値と貯蔵剛性率(G')とを二軸にとって求めた傾き(α)の絶対値がほぼ0近傍を示し、好ましくは、 1×10^{-5} 未満である限り、上記本発明によるインク組成物の評価方法について記載したインク組成物の成分およびその量と同様であってよい。

【0047】

【実施例】以下の組成のインク組成物を調製し、その動的粘弾性を測定した。測定は、VILASTIC SCIENTIFIC社のVILASTICV-E SYSTEMにより行った。また、測定における周波数は2Hzとした。

7	重量部
10	重量部
2	重量部
0.9	重量部
0.1	重量部
5	重量部(固形分)
1	重量部
1	
3	重量部(固形分)

(G')とを算出し、それぞれの値を二軸にとって傾き(α) = $|\Delta(G' / \log(\dot{\gamma}))|$ を求め

(7)

11

た。その値は、 4.494×10^{-6} であった。

【0049】また、このインク組成物を用いて、インクジェットプリンターMJ500C（セイコーエプソン株式会社製）により罫線（太さ $110 \mu\text{m}$ ）を印刷を行っ*

例2

グリセリン

トリエタノールアミン

KOH

顔料（カーボンブラック

MA7三菱化学（株）製）

分散剤 ソルスパース27000

（ゼネカ株式会社製）

ポリマーエマルジョン

ジョンクリル352（ジョンソンポリマー社製）

【0051】調製したインク組成物の動的粘弾性を測定し、せん断速度（ $\dot{\gamma}$ ）の対数値と貯蔵剛性率（ G' ）とを算出し、それぞれの値を二軸にとって傾き（ $\alpha 2$ ） $= |\Delta(G' / \log(\dot{\gamma}))|$ を求めた。その値は、 1.316×10^{-5} であった。

例3

グリセリン

トリエタノールアミン

KOH

顔料（カーボンブラック

MA7三菱化学（株）製）

分散剤 ソルスパース27000

（ゼネカ（株）製）

ポリマーエマルジョン

ジョンクリル780

（ジョンソンポリマー製）

【0054】調製したインク組成物の動的粘弾性を測定し、せん断速度（ $\dot{\gamma}$ ）の対数値と貯蔵剛性率（ G' ）とを算出し、それぞれの値を二軸にとって傾き（ $\alpha 3$ ） $= |\Delta(G' / \log(\dot{\gamma}))|$ を求めた。その値は、 4.577×10^{-5} であった。

【0055】また、このインク組成物を用いて、例1と同様に罫線をインクジェット記録方法により印刷を行った。その結果、100枚印刷した時点で罫線の曲がり観察された。

【図面の簡単な説明】

【図1】インク組成物の動的粘弾性を測定するためのキャピラリー型粘弾性測定装置の該略図である。

12

*た。その結果、2000枚印刷してもけい線の曲りが発生せず、印字特性の好ましいものであった。

【0050】

10 重量部

0.9 重量部

0.1 重量部

5 重量部（固形分）

1 重量部

10 重量部（固形分）

※【0052】また、このインク組成物を用いて、例1と同様に、罫線をインクジェット記録方法により印刷を行った。その結果、500枚印刷した時点で罫線の曲がり観察された。

※【0053】

10 重量部

0.9 重量部

0.1 重量部

8 重量部（固形分）

1 重量部

1

5 重量部（固形分）

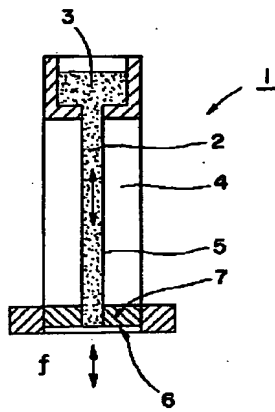
【図2】図2は、インク組成物のせん断速度（ $\dot{\gamma}$ ）測定値の対数値と貯蔵剛性率（ G' ）測定値の対数値との関係を示すものである。

【符号の説明】

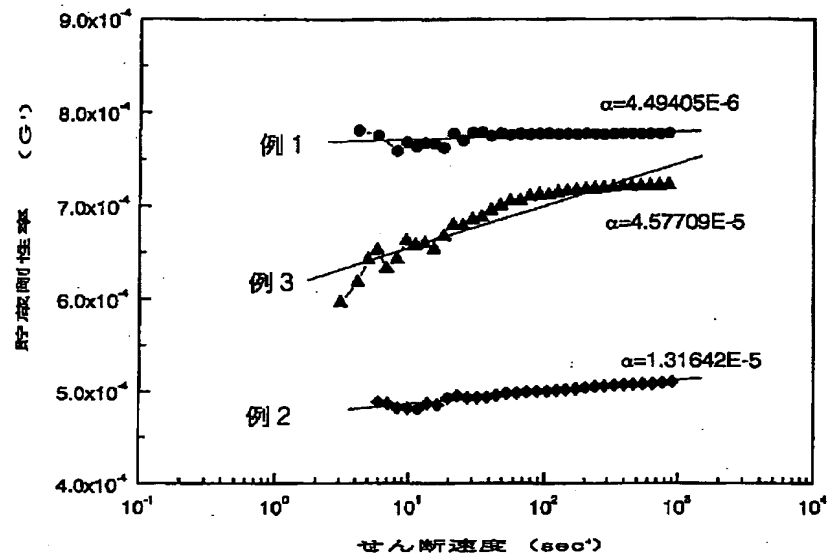
- 1 測定装置
- 2 被験液体
- 3 被験液体溜
- 4 恒温装置
- 5 精密測定管
- 6 薄膜
- 7 センサ手段

(8)

【図1】



【図2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2C056 FC01

4J039 AD01 AD03 AD08 AD09 AD10
 AD13 AE04 AE06 AE08 BA04
 BA13 BA35 BA37 BC17 BC39
 BC60 BE01 BE03 BE04 BE05
 BE07 BE08 BE09 BE12 BE22
 CA06 EA36 EA43 EA48 GA24

AN 2000-478137 [42] WPIDS

DNN N2000-356339 DNC C2000-144171

TI Evaluation of ink composition for ink jet recording and production the same.

DC A35 A97 G02 G05 P75 T04

PA (SHIH) SEIKO EPSON CORP

CYC 1

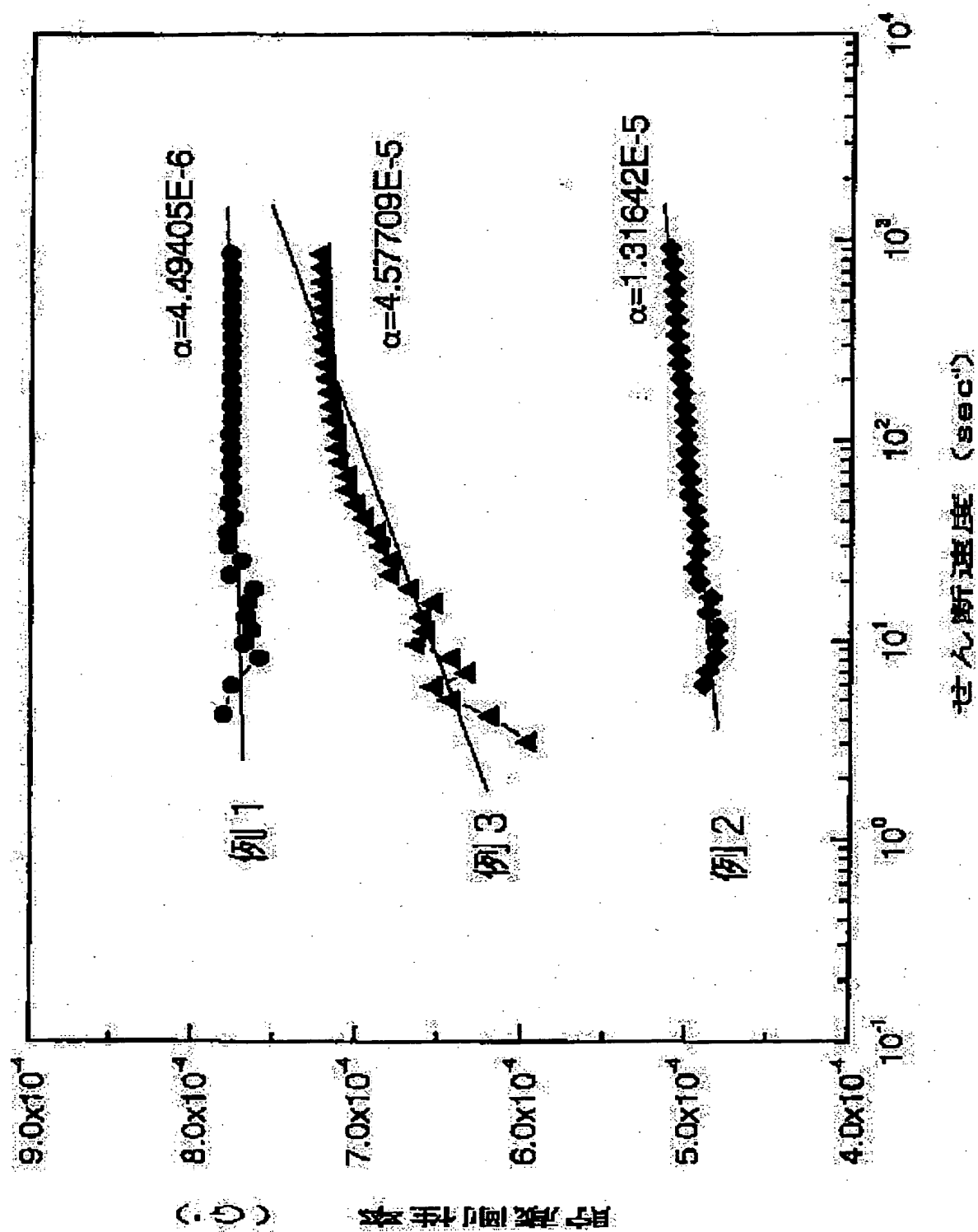
PI JP 2000169773 A 20000620 (200042) * 8 C09D011-00

ADT JP 2000169773 A JP 1998-306047 19981027

PRAI JP 1998-278132 19980930

IC ICM C09D011-00

ICS B41J002-01



AB JP2000169773 A UPAB: 20000905

NOVELTY - A method for evaluation of ink composition for ink jet

recording comprises preparing an ink composition containing at least colorant, water soluble organic solvent and water, determining dynamic viscoelasticity of the ink, calculating log of shear rate ($\dot{\gamma}$) and storage rigidity (G'), obtaining inclination (α) of the plots shown in graph of share rate as abscissa and storage rigidity as ordinate and determining whether the absolute value of the α is near zero or not.

DETAILED DESCRIPTION - A method for evaluation of ink composition for ink jet recording comprises preparing an ink composition containing at least colorant, water soluble organic solvent and water, determining dynamic viscoelasticity of the ink, calculating log of shear rate ($\dot{\gamma}$) and storage rigidity (G'), obtaining inclination (α) of the plots shown in relationship of share rate as abscissa and storage rigidity as ordinate and determining whether the absolute value of the α is near zero or not. INDEPENDENT CLAIMS are also included for ink jet recording using an ink composition with the absolute value of the α of near zero determined by the method, recorded matter made by using the ink, and production of the ink comprising adjusting the absolute value of the α determined by the method so as to have near zero.

USE - The ink is useful for ink jet recording.

ADVANTAGE - By using the evaluation method, suitable ink for ink jet printing can be readily produced.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - Fig 2 shows relationships between share rate (abscissas) and storage rigidity (ordinate).

Dwg. 2/2

FS CPI EPI GMPI

FA AB; GI

MC CPI: A09-C; A11-C; A12-W07D; G02-A04A; G05-F03

EPI: T04-G02C

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ ~~FADED~~ TEXT OR DRAWING
- ☒ ~~BLURRED~~ OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES~~ OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.